

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

⑯ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑯ ⑫ Offenlegungsschrift
⑯ ⑯ DE 100 64 799 A 1

⑯ Int. Cl. 7:
A 61 K 7/00
A 61 K 7/02
A 61 K 7/04
A 61 K 7/48
A 61 K 7/50
A 61 F 13/15

⑯ ⑯ Anmelder:
BASF AG, 67063 Ludwigshafen, DE

⑯ ⑯ Erfinder:
Wittkowski, Lars, Dr., 68167 Mannheim, DE; Zeitz,
Katrín, Dr., 67067 Ludwigshafen, DE; Weber,
Wilhelm, Dr., 67435 Neustadt, DE; Deckers,
Andreas, Dr., 55234 Flomborn, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

⑯ ⑯ Kosmetische Präparate und Anwendungen, enthaltend Polyethylenwachse mit verbesserten organoleptischen Eigenschaften

⑯ ⑯ Kosmetische Präparate, enthaltend Polyethylenwachse mit verbesserter organoleptischen Eigenschaften, hergestellt durch (Co-)Polymerisation von Ethylen unter Hochdruckbedingungen unter Verwendung eines aliphatischen oder alicyclischen Ketons als Molekulargewichtsregler.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft kosmetische Präparate und Anwendungen, enthaltend Polyethylenwachse mit verbesserten organoleptischen Eigenschaften, hergestellt durch (Co-)Polymerisation von Ethylen unter Hochdruckbedingungen unter Verwendung eines aliphatischen oder alicyclischen Ketons als Molekulargewichtsregler, sowie ein Verfahren zur Herstellung von kosmetischen Präparaten und Anwendungen mit verbesserten organoleptischen Eigenschaften. Weiterhin betrifft die vorliegende Erfindung die Verwendung von Polyethylenwachsen mit verbesserten organoleptischen Eigenschaften für kosmetische Präparate und Anwendungen, beispielsweise für dekorative Kosmetik, pflegende und reinigende Kosmetik sowie für pharmazeutische Zubereitungen und Hygienearikel.

[0002] Polyethylenwachse werden in zahlreichen Kosmetika eingesetzt. An die zu verwendenden Wachse werden anspruchsvolle Forderungen gestellt, was ihre organoleptischen Eigenschaften betrifft. So dürfen die Wachse keinesfalls unangenehme Gerüche verströnen, weil sie sonst in kosmetischen Präparaten unverkäuflich wären. Aus dem gleichen Grund müssen sie geschmacksneutral sein. Weiterhin müssen sie gute Verarbeitungseigenschaften aufweisen. Schließlich müssen sie wirtschaftlich vorteilhaft sein, d. h. sie müssen sich leicht und mit hoher Ausbeute herstellen lassen. Schlüsselparameeter sind das mittlere Molekulargewicht, die Molekulargewichtsverteilung und dabei insbesondere die Breite der Molekulargewichtsverteilung sowie die hochmolekularen und niedermolekularen Anteile, gegebenenfalls eingebaute Comonomere, Länge und Verteilung der Verzweigungen sowie Verunreinigungen des Polymers, beispielsweise durch flüchtige Oligomere, Restmonomere sowie Zersetzungprodukte von Katalysatoren bzw. Radikalstartern und Molekulargewichtsreglern.

[0003] Polyethylenwachse lassen sich nach verschiedenen Verfahren herstellen, die sich grob in Niederdruckverfahren, durchgeführt bei 20 bis 100 bar, und Hochdruckverfahren, durchgeführt bei 500 bis 4000 bar, einteilen lassen. Das Hochdruckverfahren ist ein radikalisches Polymerisationsverfahren, das im Allgemeinen ohne Katalysator auskommt (vgl. beispielsweise: Ullmann's Encyclopädie der technischen Chemie, 4. Auflage, Stichworte: Wachs, Bd. 24, S. 36 ff., Thieme Verlag Stuttgart, 1977). Zum Starten der radikalischen Kettenreaktion verwendet man meistens ein oder mehrere organische Peroxide, beispielsweise die Trigonox® oder Perkadox®-Marken der Akzo Nobel, oder aber Luft bzw. Luftsauerstoff. Der billigste und deshalb am weitesten verbreitete Radikalstarter ist Luft bzw. Luftsauerstoff.

[0004] Zur Einstellung des geeigneten Molekulargewichts verwendet man als Molekulargewichtsregler oder kurz Regler bezeichnete Substanzen. Bei der Verwendung eines Stoffes als Regler ist zu beachten, dass er hinreichend effizient ist, weil die Dosierung sehr großer Mengen an Reglern unwirtschaftlich ist.

[0005] Ein häufig verwendeter Regler ist Wasserstoff, der aber bei der Verwendung von Luft oder Luftsauerstoff als Radikalstarter zur Bildung von Knallgas führen kann und deshalb aus sicherheitstechnischen Gründen Bedenken hervorruft.

[0006] Weitere häufig verwendete Regler sind Kohlenmonoxid CO und Alkane wie beispielsweise Ethan oder Propan. Kohlenmonoxid ist stark giftig, so dass bei der Verwendung aufwendige Sicherheitsmaßnahmen erforderlich sind. Gasförmige Regler wie Ethan und Propan erfordern ebenfalls strenge Sicherheitsregeln.

[0007] Die häufig verwendeten Aldehyde, beispielsweise Propionaldehyd, führen zu Wachsen, die einen charakteristischen unangenehmen Geruch aufweisen und als Komponente für kosmetische Anwendungen wie beispielsweise Lippenstifte, Lidschatten oder Rouge nur nach aufwändiger Verarbeitung geeignet sind. Selbst nach intensiver Bearbeitung mit Wasserdampf lässt sich noch ein schwacher, aber unangenehmer Geruch feststellen.

[0008] Die Verwendung von Ketonen als Molekulargewichtsregler bei der Herstellung von LDPE ist bereits bekannt. In EP-A 0 928 797 wird ein Verfahren unter Verwendung von Methylmethyleketon als Regler vorgeschlagen, mit Hilfe dessen ein LDPE hergestellt wird, das sich für Extrusionsprodukte eignet, beispielsweise für Folien mit gutem Durchstichwiderstand, aber nicht für Wachse.

[0009] In DE-A 19 08 964 wird ein Verfahren offen gelegt, durch das sich Ethylenhomopolymerisate im Hochdruckverfahren herstellen lassen. Kennzeichnend an dem beschriebenen Verfahren ist die Verwendung eines peroxidischen Radikalstarters in der ersten Reaktionszone und Luft in der zweiten. Als Regler werden Propionaldehyd oder Methylmethyleketon empfohlen. Man erhält ein hochmolekulares Polyethylen, welches sich besonders gut zur Herstellung hoch-transparenter Feinsilien oder widerstandsfähiger Verpackungsfolien eignet.

[0010] In US 3,334,081 wird ein Hochdruck-Polymerisationsverfahren mit erhöhtem Umsatz beschrieben, das auf der Einspeisung von Ethylen an mindestens zwei verschiedenen Stellen des Reaktors beruht. Als Radikalstarter werden eine Vielzahl von organischen Peroxiden und als Regler eine Vielzahl organischer Verbindungen, bevorzugt Ketone wie beispielsweise Methylmethyleketon, empfohlen. Nachteilig an dem beschriebenen Verfahren ist jedoch der hohe Investitionsaufwand, der auf den zahlreichen Dosierstellen beruht, die alle extrem druckstabil und dicht ausgelegt werden müssen. Dadurch wird der Investitionsbedarf für eine Polymerisationsanlage sehr hoch.

[0011] In US 3,317,504 wird ein Verfahren zur Herstellung von Polyethylen, das zur Herstellung von Filmen geeignet ist, offen gelegt, welches eine spezielle Temperaturführung und die Verwendung spezieller Molekulargewichtsregler, beispielsweise Methylmethyleketon, erfordert. Bei den offenbarten Verfahrensparametern werden jedoch keine Wachse erhalten.

[0012] Im rumänischen Patent RO 75.587 (Priorität: 18.04.1979, aus CA 96: 200372s) wird die Herstellung geruchloser LDPE-Sorten beschrieben. Als Regler wird eine Mischung von Methylvinylketon mit Propan, Ethan und CO verwendet, zum Starten der Reaktion eine Mischung verschiedener organischer Peroxide. Die Verwendung von CO ist aber wegen der starken Giftigkeit von Nachteil, weil die Rohre und der Reaktorausgang speziell gegen Entweichen von CO gesichert werden müssen.

[0013] Grundsätzlich lassen sich Polyethylenwachse auch im Niederdruckverfahren herstellen. Dazu ist im Allgemeinen ein Katalysator erforderlich, beispielsweise ein Ziegler-Natta-Katalysator wie in US 3,129,211, oder ein Metallocen-Katalysator wie in EP-A 0 890 619. Die organoleptischen Eigenschaften mikronisierter Polyethylenwachse, hergestellt nach einem Niederdruckverfahren, sind jedoch in Anwendungen wie kosmetischen Präparaten noch zu verbessern.

[0014] Es bestand die Aufgabe, Polyethylenwachse zur Verwendung in Kosmetika bereitzustellen, die

DE 100 64 799 A 1

- wirtschaftlich vorteilhaft herstellbar sind,
- keine Verwendung von extrem explosionsgefährlichen Reglern wie Wasserstoff oder hochgiftigen Reglern wie Kohlenmonoxid verlangen,
- gute organoleptische Eigenschaften haben, d. h. geruchlos und geschmacklos sind,
- leicht weiterzuarbeiten sind
- und sich gut zur Herstellung von kosmetischen Zubereitungen eignen.

5

[0015] Es wurde nun gefunden, dass sie die Aufgaben dadurch lösen lassen, dass man mit speziellen Ketonen hergestellte Polyethylenwachse verwendet.

10

[0016] Die Polyethylenwachse werden durch Polymerisation oder Copolymerisation von Ethylen in Hochdruckautoklaven oder in Rohrreaktoren hergestellt. Hochdruckautoklaven sind in sogenannten gedrungenen oder langgestreckten Ausführungsformen bekannt. Die bekannten Rohrreaktoren (Ullmanns Encyclopädie der technischen Chemie, Band 19, S. 169 und S. 173 ff (1980), Verlag Chemie Weinheim, Deerfield Beach, Basel sowie Ullmann's Encyclopädie der technischen Chemie, 4. Auflage, Stichworte: Wachs, Bd. 24, S. 36 ff., Thieme Verlag Stuttgart, 1977) zeichnen sich durch einfache Handhabung und geringe Wartung aus und sind gegenüber gerührten Autoklaven von Vorteil. Die Polymerisation oder Copolymerisation erfolgt üblicherweise bei Temperaturen von 400 bis 4000 bar, bevorzugt von 500 bis 5000 bar und besonders bevorzugt 1000 bis 3500 bar.

15

[0017] Die Reaktionstemperatur beträgt 180 bis 350°C, bevorzugt sind 200 bis 320°C.

[0018] Es lassen sich auch Copolymerisate mit Ethylen herstellen, wobei prinzipiell alle radikalisch mit Ethylen copolymerisierbaren Olefine als Comonomere geeignet sind. Bevorzugt sind

20

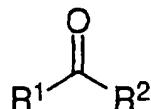
- 1-Olefine wie Propylen, 1-Buten, 1-Penten, 1-Hexen, 1-Octen und 1-Decen,
- Acrylate wie Acrylsäure, Acrylsäuremethylester, Acrylsäureethylester, Acrylsäure-n-butylester, Acrylsäure-2-ethylhexylester oder Acrylsäure-tert.-butylester;
- Methacrylsäure, Methacrylsäuremethylester, Methacrylsäureethylester, Methacrylsäure-n-butylester oder Methacrylsäuretert.-butylester;
- Vinylcarboxylate, wobei Vinylacetat besonders bevorzugt ist,
- Ungesättigte Dicarbonsäuren, besonders bevorzugt ist Maleinsäure,
- ungesättigte Dicarbonsäurederivate, besonders bevorzugt sind Maleinsäureanhydrid und Maleinsäurealkylinide wie beispielsweise Maleinsäuremethylinid.

30

[0019] Der Comonomeranteil beträgt maximal 50 mol-%, bevorzugt maximal 20 mol-%.

[0020] Es wurde nun gefunden, dass sich die oben beschriebenen Polyethylenwachse mit verbesserten organoleptischen Eigenschaften am besten herstellen lassen, wenn man während der Polymerisation als Regler ein oder mehrere aliphatische oder alicyclische Ketone der allgemeinen Formeln I

35



40

nimmt.

[0021] Dabei sind die Reste R¹ und R² gleich oder verschieden und ausgewählt aus

- C₁-C₆-Alkyl wie Methyl, Ethyl, n-Propyl, iso-Propyl, n-Butyl, iso-Butyl, sec.-Butyl, tert.-Butyl, n-Pentyl, iso-Pentyl, sec.-Pentyl, neo-Pentyl, 1,2-Dimethylpropyl, iso-Amyl, n-Hexyl, iso-Hexyl, sec.-Hexyl, besonders bevorzugt C₁-C₄-Alkyl wie Methyl, Ethyl, n-Propyl, iso-Propyl, n-Butyl, iso-Butyl, sec.-Butyl und tert.-Butyl;
- C₃-C₁₂-Cycloalkyl wie Cyclopropyl, Cyclobutyl, Cyclopentyl, Cyclohexyl, Cycloheptyl, Cyclooctyl, Cyclononyl, Cyclodecyl, Cycloundecyl und Cyclododecyl; bevorzugt sind Cyclopentyl, Cyclohexyl und Cycloheptyl;

45

[0022] In einer weiteren Ausführungsform sind die Reste R¹ und R² miteinander kovalent verbunden. So können R¹ und R² beispielsweise gemeinsam sein: -(CH₂)₄-⁵, -(CH₂)₅-⁶, -(CH₂)₆-⁷, -(CH(CH₃)-CH₂-CH₂-CH(CH₃)-⁸ oder -CH(CH₃)-CH₂-CH₂-CH₂-CH(CH₃)-⁹.

50

[0023] Bevorzugte Beispiele sind Aceton, Methylethylyketon "MEK", Methylisobutylketon "MIBK", 2-Pentanon, 3-Pentanon oder Cyclopentanon, Cyclohexanon oder Cycloheptanon. Besonders bevorzugte Beispiele sind Aceton, Methylethylyketon, Methylisobutylketon und Cyclohexanon; ganz besonders bevorzugt sind Methylethylyketon und vor allen Cyclohexanon. Unter diesen Bedingungen lässt sich auf die Verwendung von CO, Ethan und Propan als Regler verzichten.

55

[0024] Nach der Herstellung lässt sich das in großtechnischen Anlagen üblicherweise als Granulat, Grieß oder Pulver anfallende Wachs sofort in den entsprechenden kosmetischen Anwendungen verwenden.

60

[0025] Die oben beschriebenen Polyethylenwachse haben eine Dichte von 0,8 bis 1,0 g/cm³, bevorzugt von 0,90 bis 0,96 g/cm³ und besonders bevorzugt von 0,93 bis 0,95 g/cm³, gemessen bei 23°C. Die Schmelzviskositäten liegen im Bereich von 20 bis 20000 cSt, bevorzugt im Bereich von 800 bis 2000 cSt, gemessen bei 1200% das entspricht einem Molekulargewicht M_w von maximal 40.000 g, bevorzugt maximal 10.000 g und besonders bevorzugt maximal 7500 g. Die Molekulargewichtsverteilung liegt im Bereich von 2 bis 10. Die Schmelzpunkte liegen im Bereich von 60 bis 125°C, bevorzugt 80 bis 120°C.

65

[0026] Die Wachse zeigen sehr gute organoleptische Eigenschaften, insbesondere sind sie Geruchs- und Geschmacksneutral. Das ist insofern überraschend, weil sowohl die verwendeten Ketone und insbesondere Methylethylyketon als auch die daraus unter Hochdruckbedingungen leicht entstehenden Dimeren, Trinere und ähnliche Produkte einen charak-

teristischen und keinesfalls angenehmen Eigengeruch aufweisen.

[0027] Die Messung der organoleptischen Eigenschaften lässt sich apparativ, beispielsweise durch Gaschromatographie oder Differentialthermogravimetrie, bestimmen, wobei durch getrennte oder hintereinandergeschaltete Messapparaturen die Menge und die Art der entweichenden flüchtigen Verbindungen ermittelt wird. Von hoher Signifikanz sind die Tests durch Probandenteams.

[0028] Aufgrund ihrer sehr guten organoleptischen Eigenschaften eignen sich die oben beschriebenen Wachse vorzüglich für Präparate und Anwendungen der dekorativen Kosmetik, ausgewählt aus Lippenstiften, Gesichtspuder, Blushes, Lidschatten, Lidstrichstiften, Grundierungen, Make-up-Zubereitungen, Wimperntusche und Augenbrauenstiften. Ein Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist daher die Verwendung der beschriebenen Polyethylenwachse für Präparate und Anwendungen der dekorativen Kosmetik, ausgewählt aus Lippenstiften, Gesichtspuder, Blushes, Lidschatten, Lidstrichstiften, Grundierungen, Make-up-Zubereitungen, Wimperntusche und Augenbrauenstiften.

[0029] Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist die Verwendung der oben beschriebenen Wachse für Präparate und Anwendungen der pflegenden und reinigenden Kosmetik, ausgewählt aus Reinigungslotions, Handcremes, Handwaschpasten, Hautpflegemitteln, Intimpflegemitteln, Fußpflegemitteln, Lichtschutzmitteln, Repellents, Rasiernitteln, Haarentfernungsmittern, Antiaknemitteln, Make-up, Nagelpflegemitteln, Kajalstiften, Seifen, Syndets, flüssigen Wasch-, Dusch-, und Badepräparaten, Cold Creams, Hautpflegeprodukte, Exfoliating Scrub Soaps, Gesichts-, Hand- oder Fuß-Peelings, Body-Scrubs, Gele und Lotions.

[0030] Die oben beschriebenen Polyethylenwachse lassen sich hervorragend konfektionieren und so in die zum Einsatz erforderliche oder gut geeignete Darreichungsform bringen. So sind verschiedene Korngrößen beispielsweise durch Sprühen erhältlich.

[0031] Außerdem können die Wachse in verschiedenster Weise granuliert werden. Die Methoden der Granulierung von Polyethylenwachsen sind an sich bekannt. Die oben beschriebenen Wachse lassen sich besonders gut granulieren.

[0032] Zur Herstellung der oben genannten Präparate der dekorativen Kosmetik sowie der pflegenden und reinigenden Kosmetik sowie der pharmazeutischen Zubereitungen und Hygieneartikel, beispielsweise Inkontinenzprodukten, wird nach den an sich bekannten Verfahren vorgegangen, die dem Fachmann geläufig sind. Sie müssen gegenüber dem Stand der Technik nicht umgestellt werden.

[0033] Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind Präparate und Anwendungen der dekorativen Kosmetik, ausgewählt aus Lippenstiften, Gesichtspuder, Blushes, Lidschatten, Lidstrichstiften, Grundierungen, Make-up-Zubereitungen, Wimperntusche und Augenbrauenstiften, enthaltend die oben beschriebenen Polyethylenwachse mit guten organoleptischen Eigenschaften.

[0034] Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind Präparate und Anwendungen der pflegenden und reinigenden Kosmetik, ausgewählt aus Reinigungslotions, Handcremes, Handwaschpasten, Hautpflegemitteln, Intimpflegemitteln, Fußpflegemitteln, Lichtschutzmitteln, Repellents, Rasiernitteln, Haarentfernungsmittern, Antiaknemitteln, Make-up, Nagelpflegemitteln, Kajalstiften, Seifen, Syndets, flüssigen Wasch-, Dusch-, und Badepräparaten, Cold Creams, Hautpflegeprodukte, Exfoliating Scrub Soaps, Gesichts-, Hand- oder Fuß-Peelings, Body-Scrubs, Gele und Lotions, enthaltend die oben beschriebenen Polyethylenwachse mit verbesserten organoleptischen Eigenschaften.

[0035] Die erfindungsgemäßen kosmetischen Präparate und Anwendungen können z. B. eine Lösung, eine wasserfreie Zubereitung, eine Emulsion oder Mikroemulsion vom Typ Wasser-in-Öl oder vom Typ Öl-in-Wasser, eine multiple Emulsion, beispielsweise vom Typ Wasser-in-Öl-in-Wasser, ein Gel, einen festen Stift, eine Salbe, ein Aerosol oder auch ein wässriges System bzw. eine Tensidzubereitung zur Reinigung von Haut und/oder Haaren, darstellen. Sie enthalten die oben beschriebenen Wachse in einem Anteil von 0,5 bis 20 Gew.-%.

[0036] Zusätzlich zu den oben beschriebenen Polyethylenwachsen können die erfindungsgemäßen kosmetischen Präparate und Anwendungen enthalten: Wirkstoffe wie beispielsweise UV-Filter, Parfüms und Riechstoffe, Emulgatoren, Tenside, feste Trägermaterialien wie beispielsweise Kreide, weitere Wachse wie beispielsweise Bienenwachs oder Carnaubawachs, Vitamine, Basen oder Säuren, Alkohole sowie Wasser. Dabei kann es für verschiedene Präparate von Vorteil sein, mehrere verschiedene Emulgatoren, Wirkstoffe, Tenside, feste Trägermaterialien, Parfüme und Riechstoffe, Wachse, Basen oder Säuren, Vitamine oder Alkohole zu verwenden.

[0037] Die Herstellung der erfindungsgemäßen kosmetischen Präparate und Anwendungen erfolgt durch an sich bekannte Methoden. Bevorzugt ist das Mischen der Komponenten durch Verfüllen. Das Mischen kann so erfolgen, dass sämtliche erforderlichen Komponenten in einem Schritt verrührt werden oder konsekutiv in mehreren Schritten. Dabei kann bei Raumtemperatur gearbeitet werden oder auch bei erhöhten Temperaturen bis über den Schmelzpunkt der oben beschriebenen Polyethylenwachse. Für einige Präparate wie beispielsweise Lippenstifte ist das Mischen bei Temperaturen oberhalb des Schmelzpunkts der Polyethylenwachse bevorzugt. Als höchste sinnvolle Temperatur für das Vermischen der Komponenten sei 150°C genannt. Bei der Herstellung derjenigen Anwendungen, für die eine sphärische Form des Polyethylenwachses erforderlich ist, wird das Mischen bei Temperaturen unterhalb des Schmelzpunktes des Polyethylenwachses durchgeführt.

[0038] Die Erfindung wird durch Arbeitsbeispiele erläutert.

Arbeitsbeispiele

60

A) Herstellung der Polymerisate

[0039] Ethylen wurde in Anwesenheit des jeweiligen Molekulargewichtsreglers (Beispiele Nr. 1 bis 18) in einem Hochdruckautoklaven polymerisiert, wie er in der Literatur beschrieben wird (M. Buback et al., Chem. Ing. Tech. 1994, 66, 510.) Dazu wurden Monomer oder Monomerengemisch, dem als Initiator tert.-Butylperoxid und tert.-Butylperoxy-pivalat zugesetzt worden waren, sowie der Regler unter dem Reaktionsdruck von 1700 bar eingespeist. In Tabelle 1 sind die Polymerisationsbedingungen und analytische Daten der erhaltenen Polymerisate angegeben. Bei allen Versuchen wurde eine Reaktionstemperatur von 220°C und ein Reaktionsdruck von 1700 bar eingestellt.

DE 100 64 799 A 1

Tabelle 1

Polymerisationsbedingungen der Beispiele 1-9 und der Vergleichsbeispiele V1-V9

Nr.	Regler (Stoff)	Regler [1/h]	Ethylen [kg/h]	Aus- beute [kg PE/ h]	r [g/cm ³]	h mm ² /s	T _{melt} °C
1	MEK	2,35	12,2	2,0	0,9350	1080	112,8
2	MEK	2,70	12,1	1,8	0,9345	1880	112,9
3	MEK	2,65	12,0	1,9	0,9332	4110	113,0
4	MIBK	3,65	11,3	2,0	0,9348	870	110,6
5	MIBK	2,85	11,6	2,0	0,9344	1930	112,0
6	MIBK	2,15	12,2	1,9	0,9344	6530	112,0
7	Aceton	3,25	12,0	2,2	0,9340	1180	112,3
8	Aceton	2,70	12,3	2,2	0,9339	1830	112,9
9	Aceton	2,10	12,1	2,0	0,9328	4530	112,8
V1	PA	0,34	11,6	1,5	0,9414	850	113,7
V2	PA	0,24	11,4	1,5	0,9379	2070	113,6
V3	PA	0,20	11,1	1,7	0,9372	4390	114,5
V4	IVA	0,45	11,7	1,5	0,9256	4980	110,5
V5	IVA	0,38	12,1	1,6	0,9245	2110	109,6
V6	IVA	0,34	12,1	1,7	0,9254	4320	110,5
V7	C7	5,80	12,1	2,2	0,9256	4980	110,5
V8	C7	7,60	12,4	2,4	0,9245	2110	109,6
V9	C7	6,25	12,4	2,3	0,9254	4320	110,5

Verwendete Abkürzungen: MEK Methylmethylethylketon, MIBK Methylisobutylketon, PA: Propionaldehyd, IVA: Isovaleraldehyd, C7: n-Heptan; PE: Polyethylenwachs.

B) Organoleptische Prüfung der Polymerisate

[0040] Zur Prüfung der Wachse aus den oben aufgeführten Beispielen 1 bis 9 und V1 bis V9 wurden die Proben jeweils zwei Gruppen von Probanden vorgelegt. Probandenteam 1 bestand aus 23 Personen ohne besondere Vorbildung. Probandenteam 2 bestand aus 12 Personen, die professionell Geruchs- und Geschmacksproben durchführen. Die Benotung erfolgte jeweils mit Noten (1: sehr gut, 2: gut, 3: befriedigend, 4: ausreichend, 5: mangelhaft) und findet sich in Tabelle 2.

40

45

50

55

60

65

DE 100 64 799 A 1

Tabelle 2

Organoleptische Prüfung

Probe	Probandenteam 1	Probandenteam 2	Verwendeter Regler
1	1	1	MEK
2	1	1-2	MEK
4	1-2	2	MIBK
5	2	1	MIBK
7	2	2	Aceton
8	2-3	2-3	Aceton
V1	3,5	5	PA
V2	4	4	PA
V4	3	3,5	IVA
V5	4	3,5	IVA
V7	3-4	3-4	C7
V8	3-4	3	C7

[0041] Die beschriebenen Proben 1 bis 9 sowie V1 bis V9 wurden in Peeling-Gels eingearbeitet, und es wurde nach einem Standardverfahren ein Lippenstift (in der Wärme, d. h. unter Aufschmelzen des Wachses) hergestellt. Die Peeling-Gels, hergestellt unter Verwendung der beschriebenen Proben 1 bis 9 waren den Vergleichs-Peeling-Gels in puncto Geruch deutlich überlegen, wobei die Peeling-Gels 1 und 2 am besten abschnitten.

30

C) Anwendungsbeispiele

C.1 Beispiel für die Formulierung eines Peeling-Gels

35 Gew.-% Komponente

0,5 Vitamin-E-Acetat

3,0 Cremophor RH 410

15,0 Ethanol

0,01 Uvinul® D 50

40 3,0 D-Panthenol USP

0,85 Neutrojol® TE

60,0 Carbopol® 940 (1%ig)

5,0 Polyethylenwachs aus Experiment 1

[0042] Das beschriebene Peeling-Gel wurde von den Probanden-Teamis getestet und mit 1-2 bewertet. Ein analog hergestelltes Peeling-Gel, bei dem Polyethylenwachs aus Experiment V1 verwendet wurde, wurde von den Probanden-Teamis mit 4 bzw. 5 bewertet.

C.2 Beispiel für die Formulierung eines Lippenstifts

50 [0043] In Lippenstiften, hergestellt unter Verwendung der Proben 1 bis 9, kam die Parfümierung wesentlich besser zur Wirkung als in den Vergleichsmustern, die unter Verwendung der Proben V1 bis V9 hergestellt wurden.

Lippenstift

55 [0044] Die Komponenten wurden in der Wärme, d. h. unter Aufschmelzen der Wachskomponenten, gemischt.

Komponente

Gew.-%

Carnaúba-Wachs

3,0

Candelilla-Wachs

4,0

60 Bienenwachs

2,0

Mikrokristallines Wachs (Paraffinwachs)

7,0

mit einem Schmelzpunkt 52-54°C

Cetylpalmitat

1,5

Petrolatum White

6,0

65 Lanolin-Wachs

4,0

Cetarylcoanoat

11,0

Polyethylen

2,0

DE 100 64 799 A 1

Komponente	Gew.-%
Bisabolol	0,2
Hydrierte Coco-Glyceride	6,0
Tocopheryl-Acetat	2,0
Tocopherol	0,5
Castor-Öl	50,8

5

C.3. Handcreme-Formulierungsbeispiel

10

Handreiniger mit Reibkörper (alle Zahlenwerte in Gewichtsprozenten)

Sulfopon® IIC Granulat	13,70	
Glucopon® 650 BC	1,00	
Dehyion® K	1,20	15
Texapon® NSO	1,00	
Comperlan® KD	0,50	
Kreide	32,40	
Polyethylenwachs	8,10	
Soda	0,90	20
Edenor® IT 35	1,10	
NaOH (50%ig)	0,30	
Zitronensäure	3,00	
Parfümöl	0,30	
VE-Wasser	zu 100 auffüllen	25
pH-Wert: 5,5 - 6,0		

[0045] Es wurden verschiedene Handreiniger mit den Polyethylenwachs-Proben 1, 4, 5, V1 und V9 hergestellt und von den Probendenteams wie folgt beurteilt:

30

Eingesetztes Wachs	Probanden-Team 1	Probanden-Team 2
1	1-2	1
4	3	3
5	3	3-4
V1	4-5	5
V9	5	5

35

Patentansprüche

40

1. Kosmetische Präparate und Anwendungen, enthaltend Polyethylenwachse, hergestellt durch (Co-)Polymerisation von Ethylen unter Hochdruckbedingungen unter Verwendung eines aliphatischen oder alicyclischen Ketons als Molekulargewichtsreglers.
2. Kosmetische Präparate und Anwendungen nach Anspruch 1, enthaltend Polyethylenwachse mit einem maximalen Molekulargewicht M_w von 40.000 g.
3. Präparate und Anwendungen der dekorativen Kosmetik, ausgewählt aus Lippenstiften, Gesichtspuder, Blushes, Lidschatten, Lidschärfstiften, Grundierungen, Make-up-Zubereitungen, Wimperntusche und Augenbrauensstiften, nach Anspruch 1 und 2.
4. Präparate und Anwendungen der pflegenden und reinigenden Kosmetik, ausgewählt aus Reinigungslotions, Handcremes, Handwaschpasten, Hautpflegemitteln, Intimpflegemitteln, Fußpflegemitteln, Lichtschutzmitteln, Repellents, Rasiermitteln, Haarentfernungsmitteln, Antiaknemitteln, Make-up, Nagelpflegemitteln, Kajalstiften, Seifen, Syndets, flüssigen Wasch-, Dusch-, und Badepräparaten, Cold Creams, Hautpflegeprodukte, Exfoliating Scrub Soaps, Gesichts-, Hand- oder Fuß-Peelings, Body-Scrubs, Gele und Lotionen, nach Anspruch 1 und 2.
5. Präparate und Anwendungen für pharmazeutische Zubereitungen oder Hygiencartikel nach Anspruch 1 und 2.
6. Verfahren zur Herstellung von kosmetischen Präparaten und Anwendungen nach den Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass man 0,5 bis 20 Gew.-% Polyethylenwachs bei 20 bis 200°C mit weiteren Stoffen, ausgewählt aus Wirkstoffen wie beispielsweise UV-Filter, Parfünis und Riechstoffen, Emulgatoren, Tensiden, festen Trägermaterialien wie beispielsweise Kreide, weiteren Wachsen wie beispielsweise Bienenwachs oder Carnaúba-wachs, Vitaminen, Basen oder Säuren, Alkoholen sowie Wasser.
7. Verwendung von Polyethylenwachsen gemäß den Ansprüchen 1 und 2 für kosmetische Präparate und Anwendungen.

45

50

55

60

65

- Leerseite -

THIS PAGE BLANK (USPTO)